

氏 名 大 角 富 康

学 位 の 種 類 学術博士
学 位 記 番 号 学博乙第3号
学位授与の日付 平成元年9月30日
学位授与の要件 論文博士 (学位規則第5条第2項)
学位授与の題目 Studies on Dislocation Motion in Alkali Halide
Crystals
(アルカリハライド結晶中の転位の運動に関する研究)
論 文 審 査 委 員 (主査) 竹 内 望
(副査) 米 谷 茂
(副査) 黒 部 利 次

学位論文要旨

Dislocation motion in alkali halide crystals and effective stress have been studied by stress relaxation method, measurement of deformation current under superimposition of ultrasonic oscillatory stress, and strain rate cycling test under superimposition of ultrasonic oscillation. It is found that the effective stress increases with increasing strain rate and the stress relaxation process is composed of two processes: one is attributed to multiplication of dislocation and their interaction. The other is attributed to immobilization of dislocation and their aggregation.

The activation volume can be estimated by two different methods concerning the deformation current, one using the stress amplitude and the other the stress decrement at the removal of the oscillation. The strain rate under the superimposition of ultrasonic oscillation is larger than that without oscillation.

The stress decrement due to superimposition of ultrasonic oscillatory stress is attributed to the increasing average length of dislocation segments depending on stress amplitude. This is supported by the amplitude dependent part of internal friction. The effective stress is divided into two components: one is due to weak obstacles and the other due to strong ones. The velocity-stress exponent, m^* , represents the interaction between the dislocation and the weak obstacles when the dislocations overcome the obstacles during plastic deformation.

結晶中の転位は熱活性によっていくつかの障害を乗り越えながら、外部からの応力の助けをかりて運動する。転位の運動と転位に作用する有効応力を明らかにする目的でアルカリハライド結晶を用いて実験研究を行った。方法は、応力緩和法、超音波振動応力付加下での変形電流の測定および歪速度急変試験である。

図1は変形を止める前の歪速度を変えて応力緩和試験を行ったときの応力率 $\dot{\sigma}$ と時間の関係を示す。歪速度が小さくなるにしたがって、初期の部分では直線から大きく外れてきている。Gupta-Liの方法で解析すると、これは有効応力が小さくなっていることを示している。すなわち、有効応力は歪速度に依存して増大する。応力緩和繰返し実験は、図2に示すように、A→B緩和過程、B→C再負荷過程を繰り返して行った。結果は図3に示すように、繰返し*i*回目の緩和量 $\Delta\sigma_i$ と初期緩和量 $\Delta\sigma_0$ との比 $\Delta\sigma_i/\Delta\sigma_0$ の対数は全体にわたって直線的に減少する成分と初期にのみ現れている成分との和で表される。この関係は $\frac{\Delta\sigma_i}{\Delta\sigma_0} = A\exp(-mi) + B\exp(-m'i)$

と表される。A, B, m, m'は定数である。第1項は緩和過程に直接関係しない変形中の加工硬化による成分である。第2項は緩和過程に大きく依存する転位の不均一化と集合化による成分である。

結晶の塑性変形中に超音波振動応力を付加するとその変形応力が減少するこのが知られている。図4には、超音波を付加したときの変形応力 σ の変化と変形電流*i*の変化とが示されている。超音波付加中は応力は減少しているが、変形電流は付加した瞬間に急激な増大を示し取り除いたときには急激な減少を示す。図に示した振動を取り除く直前の電流*i*₁、直後の電流*i*₂、と応力減少量 $\Delta\sigma$ を測定することによって、歪速度急変試験とはべつに活性化体積を求めることができる。1つは、電流の比 i_1/i_2 と応力振幅をもちいて

$$\frac{i_2}{i_1} = \frac{v_2}{\langle v_1 \rangle} = \left[\frac{\omega}{2\pi} \int \frac{2\pi/\omega \exp\left(\frac{Vq\tau_v \sin\omega t}{kT}\right) dt}{\left[I_0 \left(\frac{q\tau_v V}{kT} \right) \right]} \right]^{-1}$$

$$= \left[I_0 \left(\frac{q\tau_v V}{kT} \right) \right]^{-1}$$

の式から求める方法である。ここに、 v_2 は振動を取

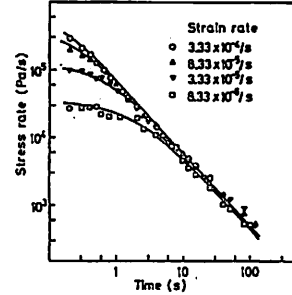


図 1

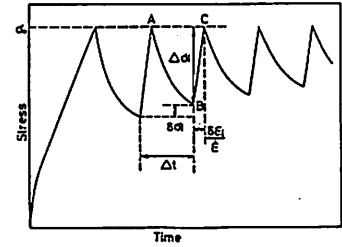


図 2

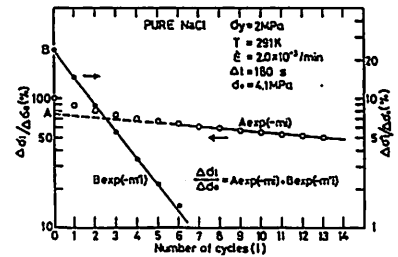


図 3

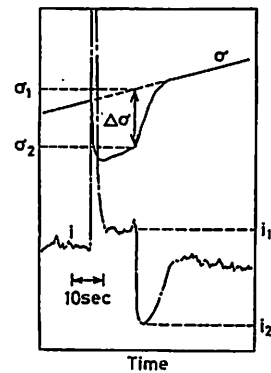


図 4

り除いた直後の転位の平均速度、 $\langle v_1 \rangle$ は振動付加中の転位の平均速度、 ω は角振動数、 V は活性化体積、 q は定数、 τ_v は応力振幅である。 I_0 は0次のBessel関数である。この式は振動応力重畳理論に基づいて得られた。もう1つは、

$$\frac{i_2}{i_1} = \exp \left[\left(-\frac{K}{P} \right) \left(\frac{\Delta \tau V}{kT} \right) \right]$$

の式から求められる。 K 、 P はそれぞれ全体の応力減少に対する有効応力成分の減少の比と運動転位密度の変化を表す定数である。

応力緩和中に超音波応力を付加すると変形電流は図5の様な変化を示す。振動を付加したときには電流が増大し転位の平均速度が増加したことを示している。10秒以降では振動をかけないときの電流変化とかけたときの電流変化を表している2つの破線は縦軸に平行に移動することで重ねることができるが、初期の部分は重ねることができない。このことは初期の緩和と後の緩和とは機構が異なることを意味していると考えられる。

超音波振動応力付加下での歪速度急変試験は図6に示すような過程でおこなわれる。

σ_v は振動応力、 σ_a は変形応力、 $\dot{\epsilon}_1$ 、 $\dot{\epsilon}_2$ は歪速度を表している。このような測定を行うと、歪速度急変試験による応力変化量 $\Delta \sigma'$ と振動付加による応力減少量 $\Delta \sigma$ との関係はつぎのように表される。

$$\Delta \sigma' = \left[\left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1} \right)^{1/m^*} - 1 \right] (\sigma_e - \Delta \sigma) \quad (1)$$

ここに、 m^* は速度応力指数であり、 σ_e は有効応力である。この式を用いて m^* と有効応力が求められる。実際には、図7のような $\Delta \sigma'$ と $\Delta \sigma$ とのグラフから求める。これはKCl結晶についてのものであり、白丸は $\dot{\epsilon}_1 = 0.6 \times 10^{-5}/s$ 、 $\dot{\epsilon}_2 = 12 \times 10^{-5}/s$ 、黒丸は $\dot{\epsilon}_1 = 0.6 \times 10^{-5}/s$ 、 $\dot{\epsilon}_2 = 2.4 \times 10^{-5}/s$ である。このように、 $\Delta \sigma'$ が $\Delta \sigma$ の増大にともなって減少することは運動する転位片の平均長さが振動付加によって増加することで説明される。このことは、同じKCl結晶についての図8に示すように、 $\Delta \sigma$ と振幅に依存する内部摩擦 Q^{-1} の関係が両対数グラフで $\Delta \sigma$ の小さいところでは傾きが1であり、比例関係にあることから支

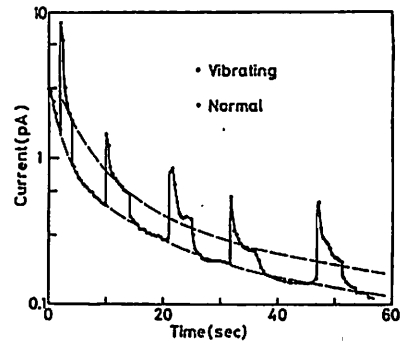


図 5

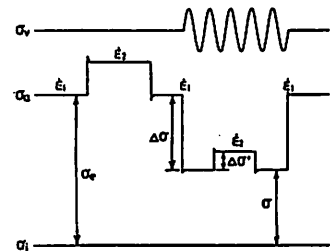


図 6

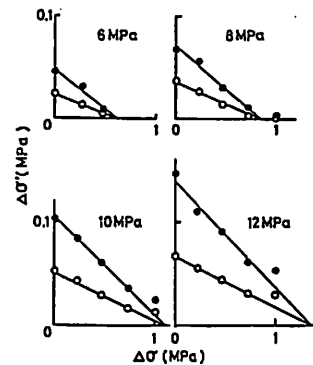


図 7

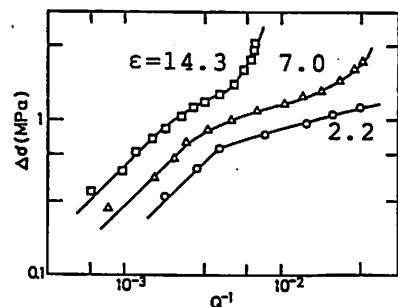


図 8

持される。すなわち、振動付加によって平均の転位片の長さが増加するために内部摩擦が増加するのである。振幅に依存する内部摩擦は転位が弱い障害から外れる割合に比例するので簡単な平均化によって転位片の平均長さ \bar{l} は

$$\bar{l} = \frac{l}{1-f_0}$$

となる。 l は弱い障害の平均間隔であり、 f_0 は転位が弱い障害から外れる割合である。活性化体積 V はこの \bar{l} に比例するので簡単な計算によって $\Delta\sigma$ と振幅に依存する内部摩擦とが比例することが示される。また、活性化体積 V は $\Delta\sigma'$ に逆比例するので、 V の増加にともなって $\Delta\sigma'$ が減少するのである。

しかし、上の議論は強い障害の間に無数の弱い障害があると仮定しているために、現実の結晶ではこの議論から外れることが予想される。図8の $\Delta\sigma$ の大きなところでは $\Delta\sigma$ と振幅に依存する内部摩擦 Q^{-1} との比例関係が壊れている。この比例関係からの外れは $\Delta\sigma = 0.8\text{MPa}$ のところで起こっており、図7ではだいたいその $\Delta\sigma$ の値の所で直線から外れた測定点があるように見られる。実際には、他のアルカリハライド結晶においても、 $\Delta\sigma'$ と $\Delta\sigma$ の関係および $\Delta\sigma$ と Q^{-1} の関係における直線および比例関係からの外れが同じような $\Delta\sigma$ の値のところで観察される。これは、次のように考えられる。すなわち、いま、図9 a に示すように、点で示した弱い障害と白丸で示した強い障害が存在する中を転位が上の方へ運動する場合を考える。振幅が小さいときは弱い障害から外れて平均長さを増す。振幅が増大するにしたがって弱い障害からの外れは飽和に達する。このときが $\Delta\sigma'$ と $\Delta\sigma$ の関係および $\Delta\sigma$ と Q^{-1} の関係が上に述べたように崩れるときである。ここで、この臨界の $\Delta\sigma$ を σ_p と定義する。これ以上の大きな振幅になると図9 b に示すように、中央の強い障害から転位が後方へ外れるようになる。このために Q^{-1} が図8に示すように増大する。そしてこの外れも飽和にたつるにしたがい Q^{-1} も飽和するようになる。 $\Delta\sigma$ の方は、振幅の増大にともなって単調に増加するが、 $\Delta\sigma'$ は緩やかに減少している。

上の議論から分かるように、弱い障害が結晶に含まれた不純物である場合、不純物の増加にともない σ_p が増加することが予想される。図10は、KCl に Br^- (○印 仕込濃度

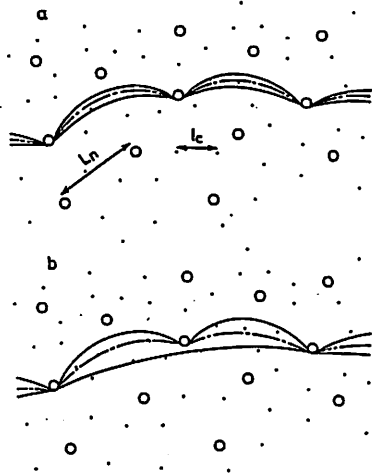


図9

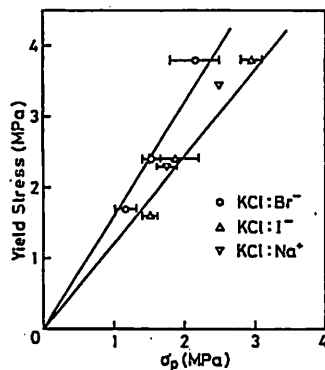


図10

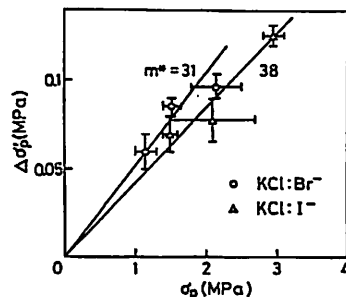


図11

で下から0.5, 1, 2 mol%) または I^- (Δ 印 同様に0.2, 0.5, 1 mol%) を含んだ場合の降伏応力と σ_p との関係を示している。明らかに降伏応力と σ_p とは比例関係にあることが分かる。したがって、降伏応力は不純物濃度の増加にしたがって増加することがよく知られているが、 σ_p もそれに比例して増加しており、上の議論と一致する。また、この直線の傾きは Br^- を含んだKClの方が大きい。これは不純物の種類によって傾きが異なることを意味している。振幅が0のときの $\Delta\sigma'$ と σ_p のときの $\Delta\sigma'$ との差を $\Delta\sigma'_p$ とすると、 σ_p との関係は図11のようになる。この直線の傾きから式(1)にもとづき m^* が求まる。 Br^- を含んだKClよりも I^- を含んだKClの方が m^* が大きい。 I^- の方がイオン半径が大きいので転位との相互作用も大きいと考えられる。以上のように、超音波振動付加下での歪速度急変試験によって m^* が求められるが、この m^* は転位と弱い障害との相互作用を表しており、この m^* を評価することによって実際の結晶の塑性変形中の転位の運動に対する障害を推定することができる。

論文審査の結果の要旨

当該学位論文に関し、平成元年7月25日以降8月11日までの間に審査会を2回開催し、提出論文および資料を検討した。協議の結果以下の通り判定した。

本研究はアルカリハライド結晶中の転位の運動と変形応力に関するものである。主な成果は以下の通りである。

- 1) 応力緩和実験によって有効応力が歪速度の増加と共に増加することを明らかにした。
- 2) 応力緩和繰返し実験は緩和中の加工硬化と変形中の加工硬化の2つの過程からなることを明らかにした。
- 3) 塑性変形中での振動応力付加による応力の減少と変形電流の変化から歪速度急変試験とは別に2つの活性化体積を求める方法を見いだした。応力緩和中変形電流を測定することにより、振動応力付加によって転位速度が増大することを確認した。
- 4) 振動応力付加による変形応力の減少は転位片の平均長さが増加するためであり、これは振幅に依存する内部摩擦と関係があることを見いだした。
- 5) 有効応力は不純物のような弱い障害による成分と転位の交切などの強い障害によるものとの2つの成分に分離できることを明らかにした。
- 6) 応力指数 m^* は転位と弱い障害との相互作用を表していることを明らかにした。

以上の研究成果は塑性変形中の転位運動の研究にとって新しい実験方法を確立したことを意味し、この分野の今後の研究に大いに貢献できるものと思われる。

以上の点から本論文は博士論文に値すると判定した。